

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



**SUOMI—FINLAND**  
**(FI).**

**Patentti- ja rekisterihallitus**  
**Patent- och registerstyrelsen**

**[B] (11) KUULUTUSJULKAISU**  
**UTLÄGGNINGSSKRIFT 67568**

- C (45) Patentti myönnetty 10.04.1985  
Patent meddelat
- (51) Kv. lk.<sup>3</sup>/Int. Cl.<sup>3</sup> C 09 C 1/02, 3/00
- (86) Kv. hakemus — Int. ansökan
- (21) Patentihakemus — Patentansökningsdag 834418
- (22) Hakemispäivä — Ansökningsdag 02.12.83
- (23) Alkuperä — Giltighetsdag 02.12.83
- (41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig
- (44) Nähtävöispanon ja kuuljulkaisun pvm. —  
Ansökan utlagd och utskriften publicerad 31.12.84
- (32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet

- (71) Kemira Oy, Malminkatu 30, 00100 Helsinki 10, Suomi-Finland(FI)
- (72) Hannu Armas Äijälä, Helsinki, Timo Valdemar Löfgren, Espoo,  
Kirsti Uimonen, Espoo, Suomi-Finland(FI)
- (74) Berggren Oy Ab
- (54) Kipsipigmentti tai -täyteaine - Gipspigment eller -fyllmedel

(57) Tiivistelmä

Keksintö kohdistuu kipsipigmenttiin tai täyteaineeseen, jonka keskimääräinen hiukkaskoko on välillä 0,5-5  $\mu$ m, hiukkaskokoalue käytännöllisesti katsoen kokonaisuudessaan yli 0,3  $\mu$ m ja hiukasten pisimmän dimension suhde lyhimpään keskimäärin 3-15, edullisesti 4-6.

Keksinnön mukainen pigmentti valmistetaan siten, että kipsin vesilietetettä jauhetaan hiukkaskokoon 0,5-5  $\mu$ m dispergointiainesten läsnäollessa olennaisesti korkeammassa kuiva-ainepitoisuudessa kuin mitä ilman dispergointiaineita tehdyssä jauhatuskokeessa todetaan käyttökelpoiseksi.

(57) Sammandrag

Uppfinningen avser ett gipspigment eller fyllmedel vars genomsnittliga partikelstorlek är mellan 0,5-5  $\mu$ m, partikelstorleksinterval praktiskt taget i sin helhet över 0,3  $\mu$ m och förhållandet mellan partiklarnas längsta dimension till den kortaste i medeltal 3-15, lämpligen 4-6.

Pigmentet enligt uppfinningen framställs så, att ett vattenslamma av gipset males till en partikelstorlek på 0,5-5  $\mu$ m i närvaro av ett dispergeringsmedel till en torrämnesshalt som är väsentligen högre än vad man vid ett malningsförsök utan dispergeringsmedel finner användbart.

## Kipsipigmentti tai -täyteaine

Keksintö koskee uudentyyppistä kipsipigmenttiä tai -täyteainetta, jonka keskimääräinen hiukkaskoko on 0,5-5  $\mu$ m.

Nykyisin käytettävistä päällystyspigmenteistä on kaoliini levymäistä. Sen keskimääräinen muototekijä, eli suurimman dimension suhde pienimpään, on noin 20-30. Talkki on vielä levymäisempää. Tällaisia päällystyspigmenttejä käytettäessä pystytään suhteellisen helposti valmistamaan kiiltäviä päällysteitä, joiden huonona puolena kuitenkin on liian alhainen painovärin absorptiokyky ja usein myös huono vaaleus tai opasiteetti, samoin taipumus blistering-ilmiöön painovärin kuivatusvaiheessa. Näiden puutteiden korjaamiseksi lisätään usein myös kiiltävään paperiin tarkoitettuun päällysteeseen pienet määrät kalsiumkarbonaattia. Karbonaattilisäys alentaa kuitenkin kiiltoa ja vaikuttaa päällystyspastan stabiilisuuteen haitallisesti. Karbonaatista aiheutuu vaikeuksia myös puupitoista paperia valmistavan tehtaan vesisysteemissä, kalsiumkarbonaatti kun reagoi alumiinisulfaattia kuluttavasti, jolloin hylkypaperin määrissä tapahtuvat heilahtelut vaikuttavat vesisysteemin pH-arvoon.

Mattapaperia voidaan periaatteessa valmistaa päällystämällä samalla kaoliinia sisältävällä pastalla kuin kiiltävää paperia, mutta käsittelemällä kalanteroinnissa niin lievästi, että saavutetaan haluttu sileys, mutta ei kiiltoa. Tällaisessa paperissa toivotaan parempaa vaaleutta. Paperia käsiteltäessä syntyy myös helposti häiritseviä jälkiä.

Puuvapaisiin paperilaatuihin soveltuvia, muototekijältään keskimäärin 1-3 olevia märkäjauhettuja kalsiumkarbonaattiperustaisia mattapäällystyspigmenttejä on saatavilla. Kun niitä käytetään happamissa paperinvalmistusolosuhteissa syntyy edellä mainittuja ongelmia.

Kuivajauhamalla valmistettu paperin päällystyksen tarkoitettu kipsipigmentti tunnetaan FI-hakemuksesta 750387. Tällaisessa kipsipigmentissä muototekijä vaihtelee n. 2-6 välillä ja sillä voidaan saavuttaa korkeampia kuiva-ainepitoisuuksia kuin jäljempänä mainituilla kipsipigmenttilaaduilla. Tällainen pigmentti soveltuu hyvin mattapaperin valmistukseen. Kiiltäviin paperilaatuihin sitä ei ole voitu käyttää, sillä yli 40 % kipsiä päällysteen pigmenttimäärästä johtaa kiillon selvään alentumiseen ja alle 40 % osuus kaoliinia sisältävässä pastassa on erittäin vaikeata saada stabiiliksi. Tämä johtunee pigmenttilaadun sisältämästä hienoimasta, alle 0,3  $\mu$ m hiukkaskokoa olevasta fraktiosta, jota kuivajauhatusessa välttämättä syntyy ja jota flokkautumisen vuoksi ei saada poistetuksi. Riittävän hienon pigmentin valmistus kuivajauhatusella on vaikeata myös siksi, että kipsi helposti jauhatusenergian vaikutuksesta menettää kidevesiään muuttuen reaktiiviseksi hemihydraatiksi.

US-patentissa 4310360 ja SE-patenttihakemuksessa 8200586 esitetään menetelmät valmistaa kipsipigmenttiä märkäjauhatusmenetelmällä, esimerkiksi fosforihapon valmistuksen yhteydessä kiteytettävästä prosessikipsistä. Näissä menetelmissä jauhatus suoritetaan käyttäen 0,5-3,0 % karboksimeytylliseluloosaa tai karboksimeytylliseluloosan ja eräiden muiden polymeerien yhdistelmiä jauhatusapuaineina myllyissä, jotka on täytetty n. 0,5-4 mm läpimittaisilla mikrojauhinkappaleilla.

Näillä menetelmillä saadun pigmentin muototekijä on n. 15 tai yli. Se on eräiltä ominaisuuksiltaan varsin mielenkiintoinen. Levymäisen hiukkasmuotonsa ansiosta se soveltuu kaoliinin korvaamiseen kiiltävissä paperilaaduissa, jos se on jauhettu tarpeeksi hienojakoiseksi, ainakin 70 % alle 2  $\mu$ m, mieluummin ainakin 80 % alle 2  $\mu$ m hienouteen. Pigmentin hiukkaskokojakautuma tulee tällöin loivaksi. On osoittautunut, että tällainen suurissa leikkausvoimissa tapahtuvassa jauhatuksessa syntyvä levymäinen kipsipigmentti on suuren ominaispintansa vuoksi vaikeata sekoittaa

muiden pigmenttien, kuten kaoliinin tai talkin kanssa. Niinpä esimerkiksi stabiilin päällystyspastan valmistus kaoliinin kanssa 75:25 pigmenttisuhteessa (kaoliini ensin mainittuna) on lähes mahdotonta. Lisäksi tällaisen pigmentin valmistus on erittäin vaikeata teknillisesti pigmenttilietteen suuren viskositeetin ja tiksotrooppisuuden vuoksi. Suuri ominaispinta johtaa samalla erittäin korkeaan polyfosfaatti- tai polyakrylaattityyppisten dispergointiaineiden tarpeeseen CMC:n lisäksi, jotta pastat olisivat stabiileja.

Tunnetun menetelmän mukaan valmistettu päällystyspigmentti matalaatuksia papereita varten on sikäli helpommin sovellettavissa, että pigmentti on karkeampaa ja käsittely sen vuoksi helpompaa. Niinpä sitä voidaankin käyttää esimerkiksi hyvää pintalujuutta ja märkähankauskestävyyttä vaativissa kohteissa tavanomaisiin pigmentteihin verrattuna paremmin tuloksin. Sekoitettavuus kaoliinin kanssa ei kuitenkaan ole toivottavalla tasolla. Toinen puutteellisuus on päällysteen suhteellisen alhainen painoväriin absorptio, jota eräissä sovellutuksissa haluttaisiin paremmaksi. Myöskään painettavuus syväpainomenetelmällä ei ole riittävän hyvä. Tällä menetelmällä ei voida valmistaa kipsipigmenttiä, joka antaisi yhtä hyviä sileyksiä ja tasaisuuksia mattapaperille kuin mitä on saatavissa uudentyyppisillä kalsiumkarbonaattiin perustuvilla päällystyspigmenttilaaduilla.

Espanjalaisessa patentissa 498334 esitetään menetelmä luonnon kipsin jalostamiseksi paperin päällystyspigmentiksi menetelmällä, jonka mukaan ensimmäinen vaihe on kipsin (0,5-100  $\mu$ m) dispergointi anionisten tai nonionisten pinta-aktiivisten aineiden, tyyppiä dikarboksyylihappoesterijohdannainen tai polyoksietyloitu rasva-alkoholi, taikka selluloosaeetterityyppisen suojakolloidin kanssa, toisena vaiheena näin tehdyn kipsilietteen jauhatus keskimäärin 1,4-1,8 mm läpimittaisilla jauhinkappaleilla varustetussa myllyssä noin 0,5-1,0  $\mu$ m:n hiukkaskokoon ja kolmantena vaiheena levymäistä tai neulamaista hiukkasmuotoa edustavan, 8-68 %

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sisältävän, hienojakoisen mikropigmentin lisäämisen kipsipigmenttiin. Tässä patentissa mainitaan ylimalkaisesti lisääinmääräksi kipsin dispergoinnissa 0,2-5 % kipsistä ja kuiva-ainepitoisuudeksi 40-80 %.

Espanjalaisessa patentissa 498334 ei esitetä suoritus-esimerkkien muodossa yksityiskohtaisia tietoja käyttökelpoisista kemikaaleista, niiden annostelusta tai kuiva-ainepitoisuudesta. Koska kipsipigmentin käyttökelpoisuus kuitenkin täytyy varmistaa mikropigmenttiä lisäämällä, on ilmeistä, että menetelmässä on toimittu alhaisella viskositeettialueella, jolloin pigmentti saadaan muodoltaan pyöreähkönä, sen muototekijä on n. 1-4, ja samalla saadaan jyrkkä hiukkaskokojakautuma. Tällaisen pigmentin reologian ja päällystysominaisuuksien korjaamiseksi on mikropigmenttilisäys tarpeen.

FI-patenttihakemuksessa 803245 esitetään menetelmä valmistaa kalsiumkarbonaatista päällystyspigmenttiliete, jossa on erittäin suuri kuiva-ainepitoisuus, jopa 80 %. Tulokseen päästään julkaisun mukaan siten, että kalsiumkarbonaatti jauhetaan alhaisessa kuiva-ainepitoisuudessa ilman dispergointiaineita. Saatua pigmenttiliete, jossa hiukkasten kokojakautuma on jyrkkä, suodataan ja lietetään sitten uudelleen dispergointiaineiden kanssa.

Pigmenttien ja täyteaineiden hiukkaskokojakautuman ja hiukkasmuodon vaikutuksesta pigmenttien pakkautuvuuteen ja edelleen tuotteiden (esim. paperin päällysteiden) ominaisuuksiin on olemassa useita julkaisuja. Hiukkaskokojakautuman korjaamiseksi luokitellaan liika esiintyvää hiukkaskokofraktio pois tai lisätään puuttuvaa fraktiota. Pakkautuvuutta muutetaan haluttuun suuntaan usein myös lisäämällä joukkoon eri muotoista pigmenttiä.

Tehtäessä kipsipigmentin valmistuskokeita todettiin, että alhaisessa kuiva-ainepitoisuudessa saatiin jyrkempi hiukkaskokojakautuma kuin edellä mainitun US-patentin 4310360 ja SE-patenttihakem-

muksen 8200586 mukaan toimittaessa. Ilman jauhatusapuaineita jauhetun, suodatetun ja uudelleen dispergoidun kipsipigmentin kuiva-ainepitoisuus oli sensijaan vaikea saada edes samalle tasolle kuin mainituilla tunnetuilla menetelmillä.

Nyt huomattiin täysin yllättäen, että kun kipsin kuiva-ainepitoisuus lietteessä säädettiin dispergointiaineiden avulla 2-22 %-yksikköä korkeammaksi kuin mitä ilman dispergointiaineita todettiin käyttökelpoiseksi, saatiin syntymään uusi kipsipigmenttilaatu, josta puuttuu kokonaan kuivajauhetussa kipsipigmentissä esiintyvä pölymäinen hieno fraktio ja hemihydraattijäänteet eikä siinä myöskään ole n. 0,3 <sup>um</sup> alittavia suomumaisia pigmenttihiukkasia, joita on tunnettujen US-patentin 4310360 ja SE-patenttihakemuksen 8200586 mukaisissa pigmenteissa. Uuden pigmenttilaadun hiukkasten pituuden suhde paksuuteen on alempi kuin edellä mainituilla menetelmillä saatu (n. 15), mutta suurempi kuin keskimäärin 2-3, mikä suunnilleen on alhaisessa viskositeetissa ilman apuaineita tai ES-patentin 498334 menetelmän mukaan saatu suhde. Uuden pigmenttilaadun hiukkaskokojakautuma on tunnetuilla menetelmillä saatujen välillä.

Keksintöä selostetaan alla lähemmin viitaten oheisiin piirustuksiin, joissa

Kuvio 1A esittää tunnetun tekniikan mukaan tehtyä levymäistä kipsipigmenttiä, jossa hiukkasten pituuden suhde paksuuteen on n. 15-20. Kuvio 1B esittää kaoliinipigmenttiä. Kuviossa 1C nähdään alhaisessa kuiva-ainepitoisuudessa ilman jauhatusapuaineita valmistettu kipsipigmentti, jossa hiukkasten muototekijä on n. 1-3 ja hiukkaskokojakautuma on jyrkkä. Kuvio 1D esittää märkäjauhalla valmistettua kalsiumkarbonaattipigmenttiä. Kuvio 1E esittää kuivajauhalla saatua kipsipigmenttiä ja kuvio 1F keksinnön mukaista kipsipigmenttiä. Kuvioissa 1A-F on 3000-kertainen suurennos.

Kuvio 2A esittää keksinnön mukaista kipsipigmenttiä, jonka muototekijä on n. 3-4 ja kuvio 2B vastaavaa pigmenttiä, jossa muototekijä on n. 4-6. Molemmat on jauhettu käyttäen 0,8 % anionista pinta-aktiivista ainetta ja dispergoiden ilmaa joukkoon n. 1-10 % lietetilavuudesta. Kuiva-ainepitoisuus kuviossa 2A oli 69 % ja lämpötila 70 °C ja tapauksessa 2B 72 % ja lämpötila 45 °C. Kuvio 2C esittää märkäjauhettua kalsiumkarbonaattia ja kuvio 2D keksinnön mukaista kipsipigmenttiä, jonka valmistuksessa käytettiin 0,6 % anionista pinta-aktiivista ainetta ja samalla 0,2 % karboksimeetyyliselluloosaa viskositeetin lisäämiseksi.

Kuviossa 3 käyrä A esittää ilman apuaineita alhaisessa kuiva-ainepitoisuudessa jauhetun ja käyrä B SE-patenttihakemuksen 8200586 mukaan samaan keskimääräiseen hiukkaskokoon jauhetun kipsipigmentin hiukkaskokojakautumaa. Kun jauhatus tapahtuu keksinnön mukaan muototekijän arvoon 3-15, saadaan käyrien A ja B välillä oleva optimaalinen hiukkaskokojakautuma.

Uuden pigmenttilaadun hiukkasten pituuden suhde paksuuteen vaihtelee siis keskimäärin välillä 3 ja 15 ja edullisesti se on 4-6. Tällaisen pigmentin syntyminen edellyttää kiteitä leikkaavien ja katkovien voimien optimaalista suhdetta jauhimessa.

Kun valmistetaan hienojakoista pigmenttiä kiiltäviin paperilaituihin, toimitaan lähempänä annetun kuiva-ainepitoisuuden alarajaa ja karkeampien mattapigmenttien ja täyteaineiden valmistuksessa lähempänä ylärajaa, jotta pigmentin muoto säilyisi samanlaisena.

Uuden pigmentin valmistuksessa käytetään jauhatusapuaineita. Tarkoitukseen soveltuvat erityyppiset dispergointiaineet tai pinta-aktiiviset aineet. Nämä vaikuttavat kuitenkin siihen kuiva-ainepitoisuuteen, jossa optimaalinen tulos saavutetaan.



Käytettäessä pinta-aktiivisia jauhatusapuaineita on keksinnön mukaisen menetelmän yllättäen havaittu toimivan vasta silloin, kun lisäaineen tai lisäaineyhdistelmän avulla saadaan dispergoiduksi ilmaa jauhettavaan kipsilietteeseen hienoina kuplina. Tavanomaisesti laskettu kuiva-ainepitoisuus on tässä tapauksessa korkea, noin 67-75 %. Tämän kuiva-ainealueen alaosassa viskositeetti laskee tällöinkin optimaalisen alapuolelle. Viskositeetin ostamiseksi on tällöin edullista laskea jauhettavan lietteen lämpötilaa tai lisätä paksuntajaksi esimerkiksi matala- tai keskiviskoottista karboksimeetyyliselluloosaa noin 0,05-0,5 % käytetystä kuiva-ainepitoisuudesta riippuen. Samaan tulokseen päästään myös alemmassa kuiva-ainepitoisuudessa käyttämällä enemmän paksuntajaa.

Se, että keksinnön mukaista kipsipigmenttilaatua ei aikaisemmin ole valmistettu, johtunee siitä, että yleensä on toimittu kauppa-laatuselta päällystyspigmentiltä kuljetettavuuden ja korkean kuiva-ainepitoisen päällystyspastan vaatiman vähintään 67 % kuiva-ainepitoisuudessa tai, jos mahdollisesti on kokeiltu alhaista kuiva-ainepitoisuutta, on vettä käytetty niin paljon, että pigmentin jälkikäsitteily suodattamalla on mahdollista ilman eri prosessivaiheita. Keksinnön mukainen kipsipigmentti saadaan tavanomaisia dispergointiaineita käytettäessä alle 67 % kuiva-ainepitoisuudessa, mutta niin sakeana ja viskoottisena, että se on syytä laimentaa tai jälkidispergoida, ennenkuin ylimääräisen veden poisto suodattamalla tai linkoamalla voi vaivattomasti tapahtua. Pinta-aktiivisten aineiden avulla jauhettaessa ei aikaisemmin korkeassa kuiva-ainepitoisuudessa tapahtuvassa kipsin jauhatuksessa ole oivallettu kiinnittää huomiota mahdollisuuteen parantaa kipsilietteen juoksevuutta dispergoimalla ilmakuplia lietteeseen, niin että sen tilavuus lisääntyy n. 1-10 %.

Keksintöä selostetaan alla lähemmin esimerkein.

Esimerkeissä käytetty synteettinen kipsi on peräisin fosforihapon valmistuksesta märkämenetelmällä. Satu kaksikidevedellinen kipsi on ennen kokeita puhdistettu joko pelkällä vesipesulla tai luokittelemalla jätteeksi hienoin fraktio. Jauhettavan kipsin dispergointi, jauhatus ja jauhetun kipsin seulonta on tehty tavanomaisilla laitteilla, jollaisia on kuvattu mm. US-patenttijulkaisussa 4310360.

#### Esimerkki 1 (Vertailukoe)

Kalsiumkarbonaatin jauhatuksesta tunnetun tekniikan soveltaminen kipsiin:

Suoritettiin kokeita synteettisen kipsin jauhamiseksi FI-hakemuksessa 803245 esitetyn menetelmän mukaan siinä kuvatulla jauhimella. Osoittautui mahdottomaksi suorittaa jauhatusta n. 70-85 % alle 2<sup>um</sup> hiukkaskokoon asti niin, että lietteen kuiva-ainepitoisuus olisi ilman dispergointiaineita voitu saada korkeammaksi kuin 50-55 %. Kokeissa käytetyt myllyt olivat jauhatuksen aikana liäksi niin alttiina rasituksille, että tuotantomittainen jauhatus ei olisi mahdollista. Jauhettu pigmenttiliete jähmettyi myllystä tullessaan ja oli väriltään poikkeuksellisen tummaa. Näissä olosuhteissa tapahtui siis myös myllyn voimakasta kulumista.

#### Esimerkki 2 (Vertailukoe)

Kipsiä jauhettiin ilman jauhatusapuaineita myllyn jatkuvan toiminnan kannalta sopivalla 45-50 % kuivapainoalueella. Näytteistä poistettiin ylimääräinen vesi painesuodattimella. Kiintoainepitoisuus suodatinkakuissa oli parhaimmillaan 70 % paikkeilla ja suodatinkakut olivat olomuodoltaan kiinteitä. Dispergoitaessa suodatinkakkuja veteen kipsin dispergoinnissa hyviksi havaituilla aineilla (CMC + polyakrylaatti + polyfosfaatti) päästiin suunnitteen samaan kuiva-ainepitoisuuteen (67-70 %) kuin aikaisemmin kuvatun US-patentin mukaan toimittaessa. Menetelmän avulla ei siis kipsilietteen kuiva ainepitoisuus parane. Saadun kipsipigmentin hiukkaskokojakautuma todettiin jyrkäksi, ja hiukkasten pituuden

suhde paksuuteen oli keskimäärin noin 1-3.

67568

### Esimerkki 3 (Vertailukoe)

Esimerkin 2 mukaisella kipsipigmentillä tehtiin edelleen paperin päällystyskokeita pilot-koneella terämenetelmällä Noin 68 % kuiva-ainepitoisuudessa jauhettiin SE-patenttihakemuksessa 8200586 kuvattuja dispergointiaineita käyttäen vertailupigmentit. Näillä saatiin 2-3 %-yksikköä korkeammassa kuiva-ainepitoisuudessa ajokelpoiset, 10 osaa styreenibutadieenilateksia ja 1,5 osaa CMC:aa sisältävät päällystyspastat. Vertailupastoja käyttäen saatiin pareihin myös parempi kiilto kuin esimerkin 1 mukaan valmistetulla kipsipigmentillä. Koe osoittaa, että ilman dispergointiaineita jauhettaessa kipsistä ei saada korotetussa kuiva-ainepitoisuudessa ajokelpoisia pastoja.

### Esimerkki 4

Valmistettiin kipsipigmenttiä erilaisissa olosuhteissa, jolloin pigmentin muototekijä vaihteli välillä n. 1-20. Näytteet laimennettiin pumpattavissa oleviksi lietteiksi, jotka lingottiin mahdollisimman kuiviksi (20 min 2990 m/min kehänopeudella). Tulokset on esitetty taulukossa 1.

### Taulukko 1

Olosuhteet pigmentin jauhatuksessa	Hiukkasen pituuden suhde paksuuteen	Sakan kuiva-ainepitoisuus, %
n. 50 % kuiva-ainepitoisuus (KAP), ei apuaineita	n. 1-3	66
72 % KAP, anioninen tensidi 0,8 %	2-4	84

65 % KAP, anioninen ten-  
sidi 1 %, CMC 1 %

2-10

84

US-patentin 4310360  
mukainen pigmentti

n. 20

78

Koe osoittaa, että jauhettaessa keksinnön mukaan olosuhteissa, joissa kuiva-ainepitoisuus ja viskositeetti on optimaalinen, saadaan veden poiston kannalta tiiveimmäksi pakkautuva pigmentti. Keksinnön menetelmää voidaan hyödyntää valmistettaessa kauppalaatuista pigmenttilietettä alle 67 % kuiva-ainepitoisuudessa jauhetusta lietteestä tai kuivaa pigmenttiä. Pilot-mittaisissa kokeissa ovat dekantterityyppinen linko tai painesuodatin osoittautuneet käyttökelpoisiksi veden erotuslaitteiksi.

#### Esimerkki 5 (Vertailukoe)

Puhdistettua fosfokipsiä jauhettiin US-patentin 4310360 mukaan 68 % kuiva-ainepitoisuudessa n. 40 % alle 2  $\mu$ m hiukksakokoon käyttäen jauhatusapuaineena 1,5 % matalaviskoottista CMC:tä kuivaksi lasketun kipsin painosta. Saatujen hiukkasten pituuden suhde leveyteen oli välillä 15-20. Pigmenttiä kokeiltiin erikoiskartongin päällystykseen. Kartonkilaadun tärkeitä tuoteominaisuuksia ovat mm. matta pinta, hyvä pesunkesto ja syväpainettavuus. Päällystyspastassa korvattiin normaalisti käytetystä kaoliinista toinen puoli kipsillä. Sideaineena käytettiin lateksia 21 % pigmenttimäärästä. Vertailukelpoisista näytteistä mitattiin mm. seuraavat arvot (taulukko 2).

#### Esimerkki 6

Puhdistettua fosfokipsiä jauhettiin US-patentin 4310360 mukaan n. 40 % alle 2  $\mu$ m hiukkaskokoon 58 % kuiva-ainepitoisuudessa käyttäen jauhatusapuaineena 1,5 % matalaviskoottista karboksimeyylliselluloosaa kuivaksi lasketun kipsin määrästä. Saatiin pigmentti, jossa levymäisten hiukkasten pisimmän dimension suhde lyhimpään oli keskimäärin noin 15. Pigmenttiä kokeiltiin päälly-

tyspastassa, jossa puolet pigmentistä oli kaoliinia ja jonka si-deainepitoisuus oli 21 %. Keksinnön mukainen pigmentti valmistettiin 58 % kuiva-aineitoisuudessa jauhamalla samaan hienousasteeseen käyttäen jauhatusapuaineena 0,25 % natriumheksametafosfaattia kipsin määrästä. Tästä pigmentistä, jonka hiukkasten pituuden suhde paksuuteen oli keskimäärin n. 2-6, valmistettiin samanlainen pasta kuin edellisestä. Kaoliini lisätiin kipsilietteeseen kuivana, jotta päästiin teräpäällästyksen edellyttämään pastan kuiva-ainepitoisuuteen. Vertailupastana oli lisäksi pelkkää kaoliinia sisältävä pasta.

Päällälystyskoe tehtiin pilot-koneella erikoiskartongille, jonka tärkeitä tuoteominaisuuksia ovat mattaisuus, syväpainettavuus ja märkähankauslujuus. Saatiin taulukon 2 esittämät tulokset.

#### Taulukko 2

Muutos kaoliinivertailuun nähden, %		
Ominaisuus	US-patentin 4310360 pigmentti	Keksinnön mukainen pigmentti
Vaaleus	+0	+0,2
Opasitetti	-1,8	+0,9
Painoväarin absorptio, K&N	-21	+128
Öljyn imeytymisaika, Patra	+30	-91
Sileys, Fogra	-5,8	-25
Syväpainettavuus	+10	+50
Kiilto	+0	-16
Pintalujuus, IGT	+59	+43
Pesutesti	lievä parannus	merkittävä parannus

#### Esimerkki 7

Esimerkin 6 mukaisen kartonkituotteen päällälystyksessä kokeiltiin SE-patenttihakemuksen 8200586 menetelmällä tehtyä kipsipigmenttiä

(hiukkasten pituuden suhde paksuuteen n. 20) ja keksinnön mukais-  
ta (mainittu suhde keskimäärin n. 3-4), joka valmistettiin 69 %  
kuiva-ainepitoisuudessa käyttäen apuaineena 0,85 % anionista pin-  
ta-aktiivista ainetta (Na-dioktyylisulfosukkinaattia). Kipsiä  
dispergoitiin ennen jauhatusta niin kauan, että havaittiin kip-  
sierän kuohkeutuvan ja sen tilavuuden kasvavan n. 1-10 %. Molem-  
pia pigmenttejä käyttäen tehtiin 75 osaa kipsiä ja 25 osaa kao-  
liinia sekä 20 osaa lateksia sisältävät pastat, joilla tehtiin  
päälystyskoe. Saatiin taulukon 3 mukaiset tulokset.

### Taulukko 3

Ominaisuus	Keksinnön mukaisella pigmentillä SE- patenttihakemuksen 8200586 mukaiseen pigmenttiin nähden saatu muutos, %
Vaaleus	+1,9
Opasiteetti	+3,2
K&N	+59
Öljyn imeytymisaika	-64
Sileys, Fogra	+29
Syväpainettavuus	+28
Kiilto	-10
Pesutesti	lievä parannus

### Esimerkki 8

Tehtiin kipsin ja talkin seospastoja käyttäen kaupallista pääl-  
lystystalkkilietettä, korkeassa kuiva-ainepitoisuudessa (67 %) 1,2 % CMC-määrän avulla jauhattua, 0,4 % polyakrylaattimäärällä jälkidispergoitua kipsiä sekä ilman apuaineita alhaisessa pH:ssa jauhattua, sitten suodatettua ja lopuksi 67 % kuiva-ainepitoi-  
suuteen 1,2 % CMC- ja 0,4 % polyakrylaattimäärällä dispergoitua kipsiä. Edellisen kipsin hiukkasten pituuden suhde paksuuteen oli yli 15, jälkimmäisen n. 2-3. Tehtiin 80:20 (talkki:kipsi) pastat käyttämällä 10 % lateksia ja vielä 1,2 % matalahkoviskositettista

CMC:aa pigmenttien yhteismäärästä laskettuna. Korkeassa kuiva-ainepitoisuudessa jauhattua kipsiä käytettäessä pastaan jouduttiin lisäämään vielä 0,3 % polyakrylaattidispergointiainetta. Viskositeetti (Brookfield) oli 1520 mP. Pasta oli stabiili pari päivää 45 °C lämpökaapissa. Matalassa kuiva-ainepitoisuudessa jauhetusta kipsistä tehtiin samanlainen pasta. Polyakrylaatin lisätarve oli vain 0,1 %. Pastan viskositeetti oli samassa kuiva-ainepitoisuudessa 1260 mP. Pasta oli 45 °C lämpötilassa stabiili vielä 4 kk kuluttua.

Koe osoittaa, että kipsipigmentin sekoitettavuus talkin kanssa paranee, kun pigmentin muototekijä alenee ja hiukkaskokajakautuma jyrkkenee. Sama koskee sekoitettavuutta muidenkin pigmenttien kuin talkin kanssa. Keksinnön mukaiset pigmentit käyttäytyvät stabiili-suuden suhteen tämän esimerkin ääritapausten välillä.

#### Esimerkki 9

Kipsiä dispergoitiin veteen n. 72 % kuiva-ainepitoisuudessa käyttäen apuaineena Na-dioktyylisulfosukkinaattia 1 % kipsin määrästä niin, että syötteeseen dispergoitui ilmaa hienojakoisina kuplina. Tämän jälkeen liete jauhettiin päällystyspigmenttihienouteen ja kuivattiin joko semmoisenaan tai yli 80 % kuiva-ainepitoisuuteen lingottuna. Kuivatut näytteet voitiin muodostuneiden kokkareiden murskauksen jälkeen helposti dispergoida alkuperäiseen hiukkaskokoon. Vertailun vuoksi meneteltiin samalla tavoin US-patentin 4310360 ja SE-patenttihakemuksen 8200586 mukaan valmistetuilla kipsipigmenteillä. Kun nämä kuivattiin, murskattiin ja dispergoitiin uudelleen vesilietteiksi Diaf-dispergaattorilla, osoittautui mahdolltomaksi saavuttaa alkuperäistä pigmenttihienoutta.

Keksimääräisellä hiukkaskoolla tarkoitetaan tässä sitä hiukkaskokoa, jonka alapuolelle jää 50 painoprosenttia pigmentistä. Keskimääräisellä muototekijällä tarkoitetaan 10000 kertaisella suurenoksella otetusta mikroskooppikuvasta katsottuna näytteen yleisintä

67568

hiukkasmuotoa edustavista hiukkasista arvoitua pisimmän dimension (=pituus) suhdetta lyhimpään (=paksuus). Viimemainitun menetelmän karkeuden vuoksi ilmoitetaan yleensä muototekijän suuruusluokka-alue, jolloin esimerkiksi hiukkasmuotoalue 3-4 tarkoittaa keskenään enemmän samanmuotoisia hiukkasia kuin esim. 3-6.



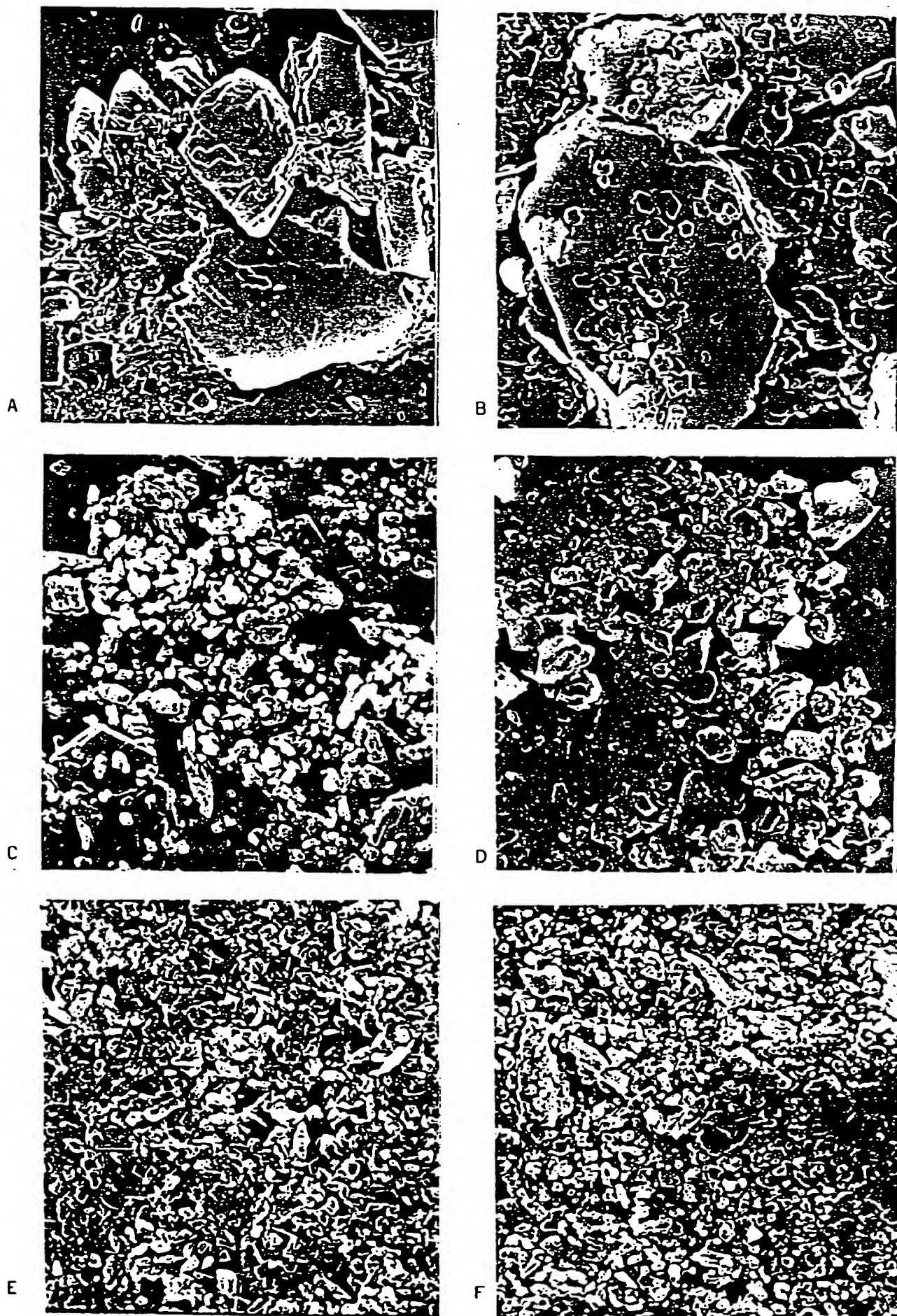
Patenttivaatimukset

1. Kipsipigmentti tai täyteaine, jonka keskimääräinen hiukkaskoko on välillä 0,5-5  $\mu$ m, t u n n e t t u siitä, että sen hiukkaskokoalue on käytännöllisesti katsoen kokonaisuudessaan yli 0,3  $\mu$ m ja hiukkasten pisimmän dimension suhde lyhimpään on keskimäärin 3-15, edullisesti 4-6.
2. Menetelmä vaatimuksen 1 mukaisen pigmentin valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että kipsin vesilietettä jauhetaan hiukkaskokoon 0,5-5  $\mu$ m dispergointiaineiden läsnäollessa olennaisesti korkeammassa kuiva-ainepitoisuudessa kuin mitä ilman dispergointiaineita tehdyssä jauhatuskokeessa todetaan käyttökelpoiseksi.
3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että jauhatusta suoritetaan 3-22 %-yksikköä korkeammassa kuiva-ainepitoisuudessa kuin ilman dispergointiaineita todetaan käyttökelpoiseksi.
4. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kuiva-ainepitoisuudeltaan 67-75 % kipsilietteeseen, joka sisältää pinta-aktiivisia aineita, dispergoidaan ennen jauhatusta niin paljon ilmaa, että lietteen tilavuus kasvaa n. 1-10 %.
5. Jonkin patenttivaatimuksen 2-4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että lietteen kuiva-ainepitoisuus nostetaan jauhatuksen jälkeen linkoamalla tai suodattamalla, edullisesti painesuodatuksella, ja suodatuksesta tai linkouksesta saatu yli 67 % kuiva-ainetta sisältävä suodatinkakku dispergoidaan uudestaan lietemuotoon käyttäen tarvittaessa jotakin kipsin dispergointiainetta.
6. Jonkin patenttivaatimuksen 2-4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että lietteen kuiva-ainepitoisuus nostetaan jauhatuksen jälkeen linkoamalla tai suodattamalla, ja saatu yli 75 % kuiva-ainetta sisältävä suodatinkakku kuivataan.

Patentkrav

1. Gipspigment eller fyllmedel vars genomsnittliga partikelstorlek är mellan 0,5-5  $\mu$ m, k ä n n e t e c k n a t av att dess partikelstorleksintervall praktiskt taget i sin helhet är över 0,3  $\mu$ m och att förhållandet mellan partiklarnas längsta dimension till deras kortaste är i medeltal 3-15, lämpligen 4-6.
2. Förfarande för framställning av ett pigment enligt krav 1, k ä n n e t e c k n a t av att ett vattenslamma av gipsen males till partikelstorleken 0,5-5  $\mu$ m i närvaro av ett dispergeringsmedel vid en väsentligen högre torrämnehalt än vad som konstateras praktiskt vid ett malningsförsök utan dispergeringsmedel.
3. Förfarande enligt krav 2, k ä n n e t e c k n a t av att malningen utföres vid en torrämnehalt som är 3-22 %-enheter högre än vad som konstateras praktiskt utan dispergeringsmedel.
4. Förfarande enligt krav 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t av att i ett gipsslamma med en torrämnehalt på 67-75 %, som innehåller ytaktivmedel, dispergeras före malningen så mycket luft att slammans volym växer ca 1-10 %.
5. Förfarande enligt något av kraven 2-4, k ä n n e t e c k n a t av att slammans torrämnehalt höjes efter malningen genom centrifugering eller filtrering, lämpligen tryckfiltrering, och den över 67 % torrämne innehållande filterkakan erhållen från filtreringen eller centrifugeringen återdispergeras till slammform, vid behov med användning av något dispergeringsmedel för gips.
6. Förfarande enligt något av kraven 2-4, k ä n n e t e c k n a t slammans torrämnehalt höjs efter malningen genom centrifugering eller filtrering och den erhållna över 75 % torrämne innehållande filterkakan torkas.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

*Fig. 1*

67568

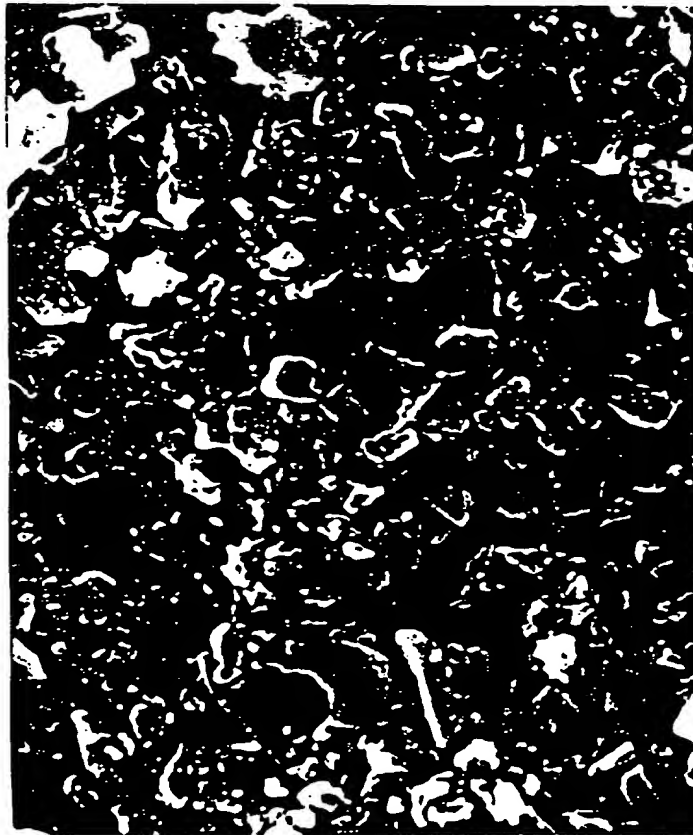


*Fig. 2 A*



*Fig. 2 B*

67568



*Fig. 2 C*



*Fig. 2 D*

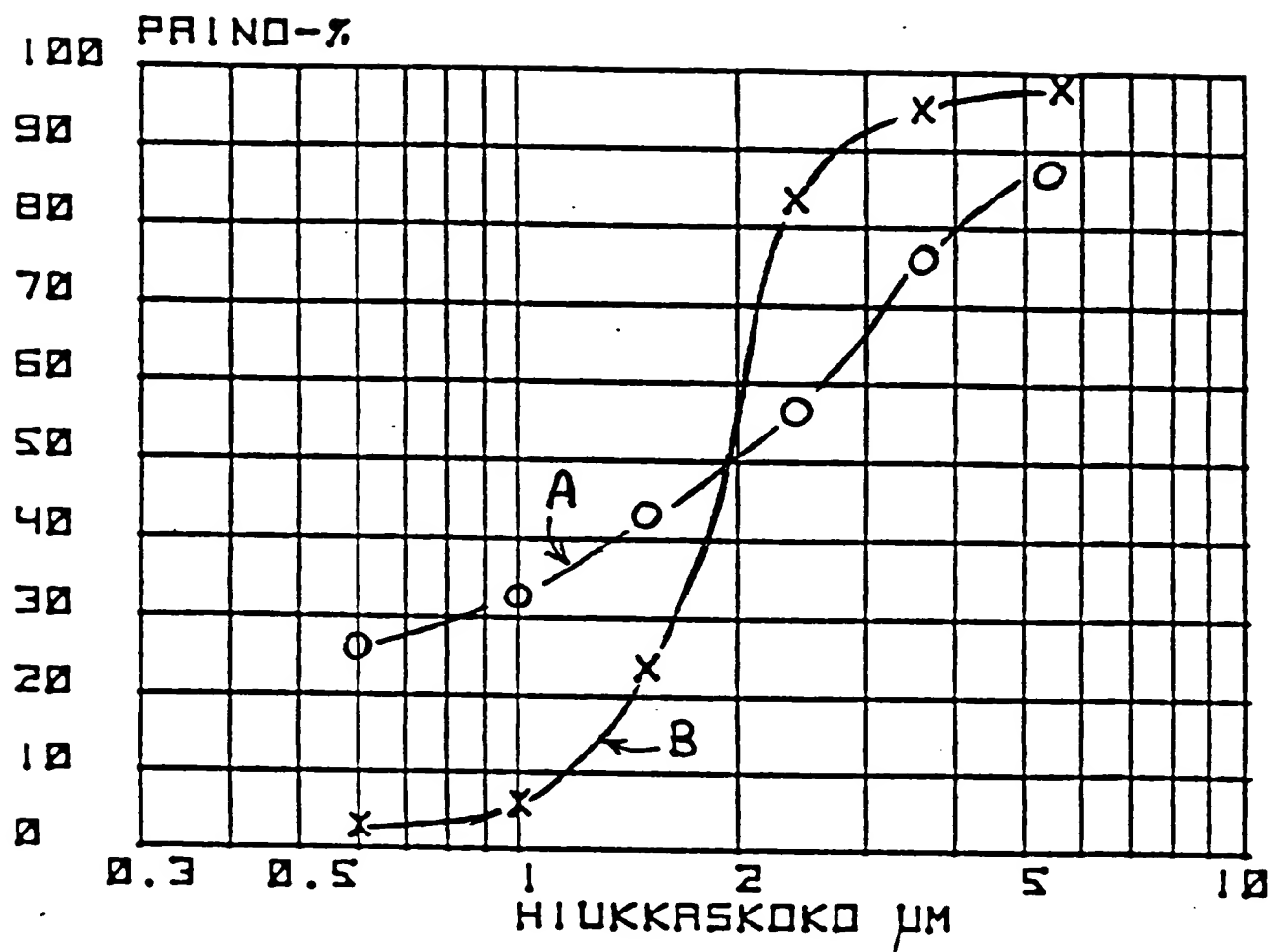


Fig. 3